

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 08-239313

(43)Date of publication of application : 17.09.1996

(51)Int.Cl.

A61K 7/13

(21)Application number : 07-070519

(71)Applicant : HOYU CO LTD

(22)Date of filing : 02.03.1995

(72)Inventor : YAMAMOTO TOSHIHIKO

**(54) POWDERY HAIR DYE COMPOSITION****(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To obtain a hair dye composition excellent in preservability and high in dyeing power and fastness by adding an oxidizing agent to sulfate or hydrochloride of low-allergic N,N-bis( $\beta$ -hydroxyethyl)-p-phenylenediamine followed by making the mixture into powder.

**CONSTITUTION:** This powdery hair dye composition is obtained by incorporating an oxidizing agent (esp. pref. percarbonate and/or perborate) in sulfate or hydrochloride of N,N-bis( $\beta$ -hydroxyethyl)-p-phenylenediamine useful as a low-allergic oxidative dye followed by making the mixture into powder. The contents of the above salt and oxidizing agent in this composition are pref. 0.01-40wt.% and 10-70wt.%, respectively. Besides, it is recommended that this composition is formulated with 0.001-30wt.% of p-phenylenediamine, p-toluenediamine, 2-chloro-p-phenylenediamine, p-aminophenol, etc. This composition is not subject to change with time, is high in solubility to water, and shows good hair dyeing effect.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 10.11.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2950746

[Date of registration] 09.07.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-239313

(43) 公開日 平成8年(1996)9月17日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

A 6 1 K 7/13

識別記号

庁内整理番号

F I

A 6 1 K 7/13

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平7-70519

(22) 出願日

平成7年(1995)3月2日

(71) 出願人 000113274

ホーユー株式会社

愛知県名古屋市東区徳川1丁目501番地

(72) 発明者 山本 敏彦

愛知県愛知郡長久手町大字長湫字榎木1番地  
の12ホーユー株式会社研究所内

BEST AVAILABLE COPY

(54) 【発明の名称】 粉末染毛剤組成物

(57) 【要約】

【構成】 N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩および酸化剤を配合したことを特徴とする粉末染毛剤組成物。

【効果】 N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩を経時変化を受けることがなく安定に配合することができ、優れた染毛効果を得ることができる。また、水への溶解性が高いため、毛髪内部にまで浸透して良好な染毛効果を有する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル) - p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩および酸化剤を配合したことを特徴とする粉末染毛剤組成物。

【請求項2】 酸化剤が過炭酸塩および/または過ほう酸塩であることを特徴とする請求項1記載の粉末染毛剤組成物。

【請求項3】 さらにp-フェニレンジアミン、p-トルエンジアミン、2-クロロ-p-フェニレンジアミン、p-アミノフェノール、p-メチルアミノフェノール、レゾルシン、m-フェニレンジアミン、5-アミノ-2-メチルフェノール、4-ニトロ-o-フェニレンジアミン、2-ニトロ-p-フェニレンジアミン、ピクラミン酸およびそれらの塩から選ばれる1種または2種以上を配合したことを特徴とする請求項1~2記載の粉末染毛剤組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明はN, N-ビス(β-ヒドロキシエチル) - p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩を用いた粉末染毛剤に係わり、詳しくは保存安定性に優れ、染着力および堅牢性の良い粉末染毛剤組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】染毛剤には、一次的着色剤、半永久染毛剤、永久染毛剤がある。永久染毛剤は酸化染毛剤とも呼ばれ、染着力および色持ちの良さから、現在最も一般的に用いられている。この酸化染毛剤は、通常、酸化染料を含むクリーム状または液体状第1剤と酸化剤を含むクリーム状または液体状第2剤からなっており、使用時に第1剤と第2剤を混合した後、毛髪に塗布して染毛する。また、酸化染毛剤の異なる形態として粉末状染毛剤が知られている。これは、粉末状の酸化染料と酸化剤を配合したもので、使用時に水と混合した後、毛髪に塗布して染毛する。この粉末染毛剤は、使用法が簡便である、輸送、携帯に便利であるなどの特長がある。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、これらの酸化染毛剤に用いられる酸化染料にはアレルギー性を有するものがあり、安全性上の問題となる場合がある。そこで、アレルギー性の低い酸化染料として、N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル) - p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩を用いることが提案されている。しかしながら、この染料は塩の形態をしているため、クリームまたは液体状の染毛剤に配合した場合、保存により第1剤の分離を生じる問題があった。更に、最も一般的に用いられているp-フェニレンジアミンやp-トルエンジアミンと比べると染着力が弱いので、第1

を一層深刻なものとしている。

## 【0004】

【課題を解決する手段および作用】本発明者は上記問題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル) - p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩を粉末染毛剤組成物として用いることにより、保存による分離の問題が全くなく、しかも該染料をクリームまたは液体状の形態に配合するよりも多量に配合できるため染着力と堅牢性の良い染毛剤が得られることを見いだした。

【0005】更に、粉末染毛剤においては、p-フェニレンジアミン、p-トルエンジアミン、およびそれらの塩は、水への溶解性が低いため充分な染毛効果が得られないという問題があったが、N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル) - p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩は、水への溶解性が高いため毛髪の内部まで浸透してより一層の染毛効果が得られることを見だし、本発明を完成するに至った。

【0006】すなわち、本発明は、N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル) - p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩と酸化剤を配合してなる粉末染毛剤組成物である。酸化剤としては、過炭酸塩または過ほう酸塩から選ばれる1種または2種以上が用いられる。

【0007】また、N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル) - p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩に加えて、p-フェニレンジアミン、p-トルエンジアミン、2-クロロ-p-フェニレンジアミン、p-アミノフェノール、p-メチルアミノフェノール、レゾルシン、m-フェニレンジアミン、5-アミノ-2-メチルフェノール、4-ニトロ-o-フェニレンジアミン、2-ニトロ-p-フェニレンジアミン、ピクラミン酸およびそれらの塩から選ばれる1種または2種以上を添加することにより、広範な色調を得ることができる。

【0008】以下に本発明を詳細に説明する。本発明における必須成分のN, N-ビス(β-ヒドロキシエチル) - p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩は、粉末染毛剤組成物に対して0.01重量%~40重量%配合され、染着性の点から好ましくは0.1重量%~30重量%である。

【0009】また、もう1つの必須成分である酸化剤としては、過炭酸塩、過ホウ酸塩、過酸化ナトリウム、過酸化カリウム、過酸化マグネシウム、過酸化バリウム、過酸化カルシウム、過酸化ストロンチウム、硫酸塩の過酸化水素付加物、リン酸塩の過酸化水素付加物、ピロリン酸塩の過酸化水素付加物、過酸化尿素、過酸化メラミン等が挙げられるが、これらの中でも染着性の点から過炭酸ナトリウム、過炭酸カリウム、過ホウ酸ナトリウムおよび過ホウ酸カリウムが好適に使用される。その配合量は、粉末染毛剤組成物に対して10重量%~70重量

重量%である。

【0010】更に、p-フェニレンジアミン、p-トルエンジアミン、2-クロロ-p-フェニレンジアミン、p-アミノフェノール、p-メチルアミノフェノール、レゾルシン、m-フェニレンジアミン、5-アミノ-2-メチルフェノール、4-ニトロ-o-フェニレンジアミン、2-ニトロ-p-フェニレンジアミン、ピクラミン酸およびそれらの塩から選ばれる1種または2種以上の染料を添加することにより、様々な色調が得られると共に、より一層の染毛効果を得ることができる。これらの染料の配合量は、0.001重量%~30重量%であり、染毛効果の点から好ましくは0.01重量%~20重量%である。

【0011】これらの粉末染毛剤組成物には、上記の染料の他、2,4-ジアミノフェネトール、1-メトキシ-2-アミノ-4-(2-ヒドロキシエチル)アミノベンゼン、およびそれらの塩、あるいは「医薬部外品原料規格」(1991年6月発行、薬事日報社)に記載されている染料を配合することができる。

【0012】更に、本発明においては、必要に応じて、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、ピロリン酸、酢酸、乳酸、クエン酸、コハク酸、酒石酸、リンゴ酸、レブリン酸、およびそれらのナトリウム、カリウムおよびアンモニウム塩等のpH調整剤、界面活性剤、増粘剤、小麦ポリブタイド等の保湿剤、酸化防止剤、防腐剤、金属封鎖剤、サイクロデキストリン等の賦形剤、色素、香料等を配合することができる。

【0013】

【実施例】次に、本発明の実施例について説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0014】

実施例1	重量%
硫酸N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-p-フェニレンジアミン	10.0
p-アミノフェノール	3.0
5-アミノ-2-メチルフェノール	1.0
レゾルシン	2.0
過炭酸ナトリウム	40.0
リン酸一水素アンモニウム	15.0
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	2.0
エデト酸二ナトリウム	0.2
キサンタンガム	6.5
カルボキシメチスセルロースナトリウム	20.0
香料	0.3

上記粉末染毛剤組成物20gに水80mlを加えて混合し、染毛剤塗布液を調製した。この塗布液を白髪混じりの人毛毛束に塗布し、室温で30分間放置後洗浄した。

【0015】

比較例1	重量%
------	-----

p-アミノフェノール	3.0
5-アミノ-2-メチルフェノール	1.0
レゾルシン	2.0
過炭酸ナトリウム	40.0
リン酸一水素アンモニウム	15.0
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	2.0
エデト酸二ナトリウム	0.2
キサンタンガム	6.5
カルボキシメチスセルロースナトリウム	20.0
香料	0.3

実施例1と同様に、上記粉末染毛剤組成物20gに水80mlを加えて混合し、染毛剤塗布液を調製した。この塗布液を白髪混じりの人毛毛束に塗布し、室温で30分間放置後洗浄した。

【0016】比較例2

・第1剤	重量%
硫酸N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-p-フェニレンジアミン	4.0
p-アミノフェノール	1.2
5-アミノ-2-メチルフェノール	0.4
レゾルシン	0.8
ステアリルアルコール	10.0
ラウリル硫酸ナトリウム	2.0
ポリオキシエチレン(30)ステアリルエーテル	10.0

塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	0.8
エデト酸二ナトリウム	0.1
28%アンモニア水	5.0
精製水	残部
・第2剤	重量%
35%過酸化水素水	12.0
セタノール	3.0
ラウリル硫酸ナトリウム	0.7
エデト酸	0.2
フェナセチン	0.1
精製水	残部

上記クリーム状染毛剤組成物の第1剤50gと第2剤50gを混合し、染毛剤塗布液を調製した。この塗布液を白髪混じりの人毛毛束に塗布し、室温で30分間放置後洗浄した。なお、本比較例の染料の使用時濃度は、実施例1と同じである。

【0017】上記実施例1と比較例1および2について、以下に示す評価方法で染色性、浸透性、および堅牢性を評価し、その結果を表1に示した。更に、実施例1と比較例1および2の組成物を40℃で3ヶ月放置し、下記の方法で安定性を評価した後、同様に毛束を染毛して染色性、浸透性、および堅牢性について評価した結果を表2に示した。

【0018】・評価方法

染毛した毛束を肉眼で観察し、染色性を以下の基準で評価した。

○…自然な黒褐色に染まり、白髪をほぼ完全にカバーしている。

△…褐色に染まり、やや白髪が目立つ。

×…淡褐色に染まり、白髪が目立つ。

## 2. 浸透性

染毛した毛束の白髪をセルロイド板に固定し、ミクロトームで横断切片を作製した後、光学顕微鏡で染毛深度を観察した。

○…ほぼ中心部まで染色されている(80%以上)。

△…表面部位から40~80%まで染色されている。

×…表面部位から40%以下までしか染色されていない。

## 3. 堅牢性

染毛した毛束を20回シャンプーした後、シャンプー前の毛束と染色性を比較した。

○…ほとんど退色が認められない。

△…やや退色がある。

×…かなりの退色がある。

## 4. 安定性

40℃で3ヶ月保存した後、染毛剤組成物の安定性を観察した。

○…分離がなく、変色もほとんどない。

△…分離はないが、変色が認められる。

×…分離があり、変色も認められる。

【0019】

【表1】

	実施例1	比較例1	比較例2
染色性	○	△	○
浸透性	○	×	○
堅牢性	○	△	○

【0020】

【表2】

	実施例1	比較例1	比較例2
安定性	○	○	×
染色性	○	△	△
浸透性	○	×	△
堅牢性	○	△	△

【0021】表1に示したように、本発明による粉末染

よりも優れた染色性、浸透性、および堅牢性を有している。更に、表2に示したように、比較例2よりも優れた安定性を有しており、その結果、染色性、浸透性、および堅牢性についても良好な結果が得られることが明らかである。

【0022】

## 実施例2

重量%

硫酸N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-p-

フェニレンジアミン 25.0

10 p-アミノフェノール 4.0

硫酸m-フェニレンジアミン 0.5

レゾルシン 3.0

2-ニトロ-p-フェニレンジアミン 1.0

過ホウ酸ナトリウム 30.0

ラウリル硫酸ナトリウム 8.0

ヒドロキシエチルセルロース・ヒドロキシプロピルト

リメチルアンモニウムクロリドエーテル 2.0

エデト酸 0.2

グァーガム 6.0

20 ヒドロキシエチルセルロース 20.0

香料 0.3

上記粉末染毛剤組成物10gに水80mlを加えて混合し、染毛剤塗布液を調製した。この塗布液を白髪混じりの人毛毛束に塗布し、室温で15分間放置後洗浄した。その結果、毛束は自然な黒色に染まり、堅牢性も良好であった。また、50℃、1ヶ月放置後の安定性も良好であった。

【0023】

## 実施例3

重量%

30 硫酸N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-p-

フェニレンジアミン 5.0

硫酸p-フェニレンジアミン 3.0

硫酸m-アミノフェノール 1.0

硫酸2, 6-ジアミノピリジン 0.2

硫酸4-ニトロ-o-フェニレンジアミン 0.5

硫酸ナトリウム・過酸化水素付加物 35.0

硫酸アンモニウム 20.0

メタケイ酸ナトリウム 10.0

ヤシ油脂脂肪酸メチルタウリンナトリウム 5.0

40 架橋型ポリアクリル酸ナトリウム 5.0

アルギン酸ナトリウム 13.0

酸化亜鉛 1.5

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸3

ナトリウム塩 0.8

上記粉末染毛剤組成物30gに水100mlを加えて混合し、染毛剤塗布液を調製した。この塗布液を白髪混じりの人毛毛束に塗布し、室温で30分間放置後洗浄した。その結果、毛束は自然な黒色に染まり、堅牢性も良好であった。また、60℃、2週間放置後の安定性も良

(5)

特開平8-239313

7

8

## 【0024】

実施例4	重量%
硫酸N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-p-フェニレンジアミン	6.0
硫酸2-クロロ-p-フェニレンジアミン	4.0
α-ナフトール	0.5
硫酸p-メチルアミノフェノール	0.5
ピクラミン酸	1.0
ピロリン酸ナトリウム・過酸化水素付加物	43.0
クエン酸アンモニウム	10.0
メタケイ酸ナトリウム	10.0
α-オレフィンスルホン酸ナトリウム	2.0
塩化2-ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムデキストラン	2.5
トラガントガム	4.0
カルボキシメチルセルロースナトリウム	15.0
1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸	1.5

上記粉末染毛剤組成物20gに水100mlを加えて混合し、染毛剤塗布液を調製した。この塗布液を白髪混じりの人毛毛束に塗布し、室温で30分間放置後洗浄した。その結果、毛束は自然な褐色に染まり、堅牢性も良好であった。また、50℃、1ヶ月放置後の安定性も良好であった。

## 【0025】

実施例5	重量%
硫酸N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-p-フェニレンジアミン	15.0
塩酸p-トルエンジアミン	5.0
硫酸5-アミノ-2-メチルフェノール	1.0

10

硫酸4-ニトロ-o-フェニレンジアミン	0.5
過炭酸ナトリウム	40.0
リン酸-水素アンモニウム	7.0
α-オレフィンスルホン酸ナトリウム	2.5
ヒドロキシエチルセルロースジメチルジアリルアンモニウムクロリド	2.0
β-サイクロデキストリン	4.0
カルボキシメチルセルロースナトリウム	12.0
無水ケイ酸	10.0
1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸3ナトリウム塩	1.0

上記粉末染毛剤組成物30gに水100mlを加えて混合し、染毛剤塗布液を調製した。この塗布液を白髪混じりの人毛毛束に塗布し、室温で10分間放置後洗浄した。その結果、毛束は自然な黒色に染まり、堅牢性も良好であった。また、40℃、6ヶ月放置後の安定性も良好であった。

## 【0026】

20

【発明の効果】本発明の粉末状組成物は、比較的多量のN, N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩を配合しても、経時変化を受けることがなく、染着力および堅牢性に優れた染毛効果を得ることができる。また、N, N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-p-フェニレンジアミンの硫酸塩もしくは塩酸塩は、p-フェニレンジアミン、p-トルエンジアミン、およびそれらの塩よりも水への溶解性が高いため、毛髪内部にまで浸透して良好な染毛効果を有する粉末染毛剤組成物を提供することができる。

30